МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАСЛА НЕФТЯНЫЕ

Метод определения смол

ГОСТ 15886—70

Mineral oils.
Method for the determination of gum

ОКСТУ 0253

Постановлением Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР от 22 апреля 1970 г. № 552 дата введения установлена 01.01.71

Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)

Настоящий стандарт распространяется на нефтяные масла без присадок и устанавливает метод определения содержания смол.

Метод заключается в адсорбции смол на силикагеле из толуольного раствора испытуемого продукта с последующей десорбцией их ацетоном, отгонке или выпаривании ацетона из раствора и доведении смол до постоянной массы.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях на нефтяные масла без присадок.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1.1. При определении содержания смол применяют следующую аппаратуру, материалы и реактивы:

меры вместимости стеклянные технические по ГОСТ 1770—74;
цилиндры 1—100 или 3—100 по ГОСТ 1770—74;
бюретки 1—50—0,1 по ГОСТ 29251—91;
посуда и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336—82;
стаканы В-1—50 ТС, В-1—250 ТС;
колбы Кн-1—50, Кн-1—100;
холодильники ХПТ-3;
эксикатор 2—250;
чашка фарфоровая № 6 по ГОСТ 9147—80;
шкаф сушильный, обеспечивающий нагрев до 150 °С;
рефрактометр типа ИРФ-22 или рефрактометр типа ИРФ-454 с погрешностью измерения не более $\pm 1 \cdot 10^{-4}$;
силикагель технический марки АСКГ по ГОСТ 3956—76 с размерами зерен 0,2—0,5 мм;
толуол нефтяной по ГОСТ 14710—78 или толуол по ГОСТ 5789—78;
ацетон по ГОСТ 2603—79;
вата стеклянная;
весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменениями № 1, 2,3, утвержденными в мае 1978 г., в июне 1981 г., в декабре 1983 г. (ИУС 6—78, ИУС 10—81, ИУС 4—84).

gost.e-ecolog.ru

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Коническую колбу вместимостью 100 см^3 сушат в сушильном шкафу при (105±5) °С в течение 1 ч, охлаждают в эксикаторе 40 мин и определяют массу с погрешностью не более 0,0002 г.

Определение повторяют до получения постоянной массы колбы. Расхождения между двумя последовательными определениями массы не должны быть более 0,0004 г.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

2.2. Необходимое количество силикагеля насыпают в фарфоровую чашку на $^3/_4$ емкости, помещают в сушильный шкаф и выдерживают в течение 15 ч при 150 °С и затем охлаждают в эксикаторе.

Силикагель, активированный таким образом, применяют сразу же после приготовления.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Пробу испытуемого продукта тщательно перемешивают в течение 5 мин.

3.2. В колбу или стакан вместимостью 50 см^3 помещают 3 г продукта с погрешностью не более 0,001 г и растворяют в 20 см^3 бензола.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.3. В нижнюю часть бюретки помещают стеклянную вату, чтобы избежать попадания зерен силикагеля в пробу.

Затем в бюретку вносят отдельными порциями 25 г свежеприготовленного охлажденного активированного силикагеля, непрерывно уплотняя его постукиванием по бюретке, находящейся в вертикальном положении. Силикагель уплотняют до тех пор, пока уровень его при встряхивании бюретки не перестанет понижаться. Затем силикагель смачивают, наливая в бюретку 50 см^3 бензола при открытом кране, устанавливают скорость вытекающего растворителя 2 см^3 в минуту.

3.4. Толуольный раствор продукта вносят небольшими порциями в бюретку с силикагелем при открытом кране. При этом следят, чтобы над силикагелем всегда находился раствор. Колбу ополаскивают 20 см^3 толуола, который также переносят в бюретку. Затем в бюретку наливают еще 50 см^3 толуола и определяют показатель преломления толуола, вытекающего из бюретки; при этом он должен быть равен показателю преломления исходного толуола. Раствор толуола, вытекающий из бюретки, собирают в стакан вместимостью 250 см^3.

3.5. Для десорбции смол в бюретку наливают 50 см^3 ацетона. При этом смолы, адсорбированные на силикагеле, вытесняются и передвигаются вместе с ацетоном в виде окрашенного столбика. Когда этот столбик будет находиться на расстоянии 4—5 см от нижнего края силикагеля, стакан для сбора толуольного раствора заменяют на предварительно доведенную до постоянной массы колбу для сбора раствора смол в ацетоне.

Отбор раствора смол в ацетоне заканчивают, как только показатель преломления ацетона, вытекающего из бюретки, будет равен показателю преломления исходного ацетона.

3.6. Ацетон отгоняют из конической колбы на водяной бане с применением холодильника и аллонжа или выпаривают.

Остаток смол сушат при (105±5) °С, охлаждают в эксикаторе и доводят до постоянной массы по п. 2.1.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю смол (X) в испытуемом продукте в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m},$$

где m — масса испытуемого продукта, г;

m_1 — масса колбы, г;

m_2 — масса колбы со смолами, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

4.2. **Повторяемость**

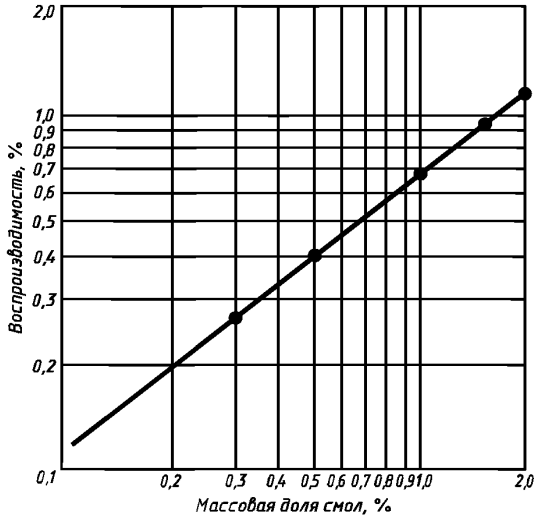
Два результата определений, полученные одним лаборантом на одних и тех же аппаратуре и

пробе продукта, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождения между ними не превышают 0,2 %.

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

4.3. **Воспроизводимость**

Два результата испытаний, полученные в разных лабораториях на одной и той же пробе продукта в одинаковых условиях, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значения воспроизводимости, приведенного на чертеже, для большего из результатов.



(Введен дополнительно, Изм. № 3).

gost.e-ecolog.ru